

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

MENU

SEARCH

INDEX

DETAIL

BACK

NEXT

8 / 12

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-072387

(43)Date of publication of application : 19.03.1996

(51)Int.Cl.

B41M 5/00

(21)Application number : 06-212724

(71)Applicant : COPYER CO LTD

(22)Date of filing : 06.09.1994

(72)Inventor : KATO TOMONORI
NAGAMINE SATORU
SATO KATSUHIKO

(54) MATERIAL TO BE INK JET RECORDED

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a material to be ink jet recorded of superior ink absorption power and coloring properties, resolution properties and image keeping properties provided combinedly in which peeling or powder dropping of a coated layer is not generated.

CONSTITUTION: A coated layer is formed on a base sheet of a material to be in jet recorded, and as components forming the coated layer, silica having a BET ratio surface area in the range of 100-400m²/g and the oil absorption amount in the range of 150-300ml/100g blended with silica or/and alumina having the average diameter of primary particle diameter smaller than 0.05 μ m are blended together.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-72387

(43)公開日 平成8年(1996)3月19日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

B 4 1 M 5/00

B

審査請求 未請求 請求項の数 2 OL (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平6-212724

(22)出願日 平成6年(1994)9月6日

(71)出願人 000001362

コピア株式会社

東京都三鷹市下連雀6丁目3番3号

(72)発明者 加藤 友紀

東京都三鷹市下連雀6丁目3番3号 コピア
株式会社内

(72)発明者 永峰 知

東京都三鷹市下連雀6丁目3番3号 コピア
株式会社内

(72)発明者 佐藤 克彦

東京都三鷹市下連雀6丁目3番3号 コピア
株式会社内

(74)代理人 弁理士 三好 秀和 (外8名)

(54)【発明の名称】インクジェット被記録材

(57)【要約】

【目的】 塗工層の剥がれや粉落ちなどが生じない、インク吸収能に優れ、発色性、解像性、画像保存性を兼ね備えたインクジェット被記録材を提供することを目的とする。

【構成】 本発明は、基紙上に塗工層を設けたインクジェット被記録材であって、該塗工層の成分として、BET比表面積が $100 \sim 400 \text{ m}^2/\text{g}$ の範囲で、吸油量が $150 \sim 300 \text{ ml}/100 \text{ g}$ の範囲にあるシリカと、一次粒子径の平均径が $0.05 \mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカまたは／およびアルミナとを配合したことを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基紙上に塗工層を設けたインクジェット被記録材であって、該塗工層の成分として、BET比表面積が $100\sim400\text{ m}^2/\text{g}$ の範囲で、吸油量が $150\sim300\text{ ml}/100\text{ g}$ の範囲にあるシリカと、一次粒子径の平均径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカまたは／およびアルミナとを配合したインクジェット被記録材。

【請求項2】 シリカと一次粒子径の平均径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカまたは／およびアルミナの配合比が、重量比で、 $8:2\sim3:7$ の範囲である請求項1に記載のインクジェット被記録材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は水性インクジェット被記録材に関するものであり、さらに詳しくは、高速印字、高吐出量のインクジェットシステムにも対応した優れたインク吸収能を有し、発色性、解像性、画像保存性を兼ね備えたインクジェット被記録材に関する。

【0002】

【従来の技術】インクジェット方式による記録は、記録液の小滴を発生、飛翔させ、被記録材に付着することにより画像を得るものであり、低騒音で、かつ、容易に高品質、高解像度の画像が得られるので近年急速に普及している。このインクジェット記録法に使用される被記録材としては、従来、通常の紙が使用されてきた。しかし、より高品位の画像を得るために、インクジェットシステムにおける印字の高速化、高密度化、高吐出量化が図られ、被記録材に対しても高度な特性が求められるようになった。

【0003】印字の高速化、高密度化、高吐出量化に対応するためには、高いインクの吸収能を有し、インクの吸収がはやく、ドットが重なった場合でも、先に打ち込まれたドットに流れだしたりにじんだりしないことがまず必要になる。さらに、高品位の記録画像を得るためには、インクの発色性がよく、インクドットの濃度が高いこと、および、インクドットが真円に近く、インクドットの縁が滑らかであり記録画像の解像性がよいことを満たす必要がある。また、記録画像が紫外線や空気中の酸素または水にさらされた場合であっても染料の堅牢性を低下させないような記録画像の保存性も要求される。

【0004】上記のようなニーズに対し、例えば、特公平4-28232号公報には、高サイズ度の基紙上に比表面積が大きく吸油量の多い高インク吸収性の顔料を塗工したインクジェット被記録紙が記載されている。また、特開平3-218885号公報には低サイズ度の基紙に小さな比表面積と低い吸油量の低いインク吸収能を有する顔料を薄く塗工したインクジェット被記録紙が記載されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、特公平4-28232号公報記載のインクジェット被記録紙では、高いインク吸収能のある顔料を用いているため画像濃度や解像性はよいが、耐オゾン性が低く、記録画像の保存性が悪い。また、擦れた時に粉落ちが発生しやすく、印字時にヘッドの目詰まりなどを起こすことがあった。つまり、非常に取扱いにくいものになる。さらに、触った感じ（以下、指感触という）が普通紙と異なるという欠点があった。

10 【0006】また、特開平3-218885号公報のインクジェット被記録紙では、塗工量が $0.5\sim20\text{ g}/\text{m}^2$ と少ないので、粉落ちなどは生じにくく指感触も普通紙に近く、耐オゾン性についても比較的よい結果が得られるが、画像濃度および解像性が低下してしまうという欠点がある。

【0007】従って、本発明は、これらの欠点を克服し、塗工層の剥がれや粉落ちなどが生じない、インク吸収能に優れ、発色性、解像性、画像保存性を兼ね備えたインクジェット被記録材を提供することを目的とする。

20 【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明者らは鋭意検討した結果、一次粒子径の平均径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有する微細な粒径のシリカまたはアルミナをシリカに配合して塗工層に用いると、粉落ちが防止でき、さらに、画像濃度および記録画像の保存性も低下しないことを見だし、本発明を完成するに至った。

30 【0009】すなわち、本発明は、基紙上に塗工層を設けたインクジェット被記録材であって、該塗工層の成分として、BET比表面積が $100\sim400\text{ m}^2/\text{g}$ の範囲で、吸油量が $150\sim300\text{ ml}/100\text{ g}$ の範囲にあるシリカと、一次粒子径の平均径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカまたは／およびアルミナとを配合したインクジェット被記録材からなる。

【0010】また、本発明は、シリカと一次粒子径の平均径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカまたは／およびアルミナの配合比が、重量比で、 $8:2\sim3:7$ の範囲であるインクジェット被記録材からなる。

40 【0011】さらに、本発明は、基紙のJIS P8122によるステキヒトサイズ度が $0\sim10$ 秒であり、基紙上への塗工量が $3\sim12\text{ g}/\text{m}^2$ であるインクジェット被記録材からなる。

【0012】以下、本発明に係るインクジェット被記録材について詳細に説明する。

【0013】基紙上に塗工層を厚く塗工した被記録材では指感触が普通紙とは異なり、被記録材を折り曲げたとき塗工層にひび割れや剥がれなどいわゆる「折れ割れ」や粉落ちなどが発生しやすいため、可能な限り薄く塗工した被記録材が求められている。

50 【0014】そこで、塗工層が薄く、高画質の被記録材

3

を得るためには、高インク吸収性の顔料を低サイズ度の基紙に薄く塗工すればよいと予想される。しかし、実際に行ってみると、粉落ちや塗工層の剥がれなどが生じ、被記録材を得ることはできない。また、この粉落ちや塗工層の剥がれは添加するバインダーの量を増やしても改善されず、かえって、インクの吸収性が低下するようになるため、画像濃度や解像度が低下してしまう結果となる。

【0015】また、比表面積が小さく吸油量が少ない顔料はバインダー量が少なくとも接着しやすいので、このような顔料を粉落ちなどを防止するために、高インク吸収能を有する顔料に配合して塗工液を調製し、低サイズ度の基紙に塗工した場合には、粉落ちなどは生じにくくなるが、塗工層中の顔料のインク吸収性が低下する結果、画像濃度や解像度が低下してしまう。

【0016】一方、記録画質の面から考察すると、インクが被記録材に打ち込まれた時に、インク中の染料は塗工層中の顔料表面にトラップされ、インク中の溶剤などは塗工層や基紙などによりすみやかに吸収されなければならない。すなわち、トラップが不十分であれば画像濃度が低下し、吸収が不十分なら解像性が低下することになるからである。このように、塗工層に用いる顔料の選択には、顔料の比表面積や吸油量が重要な要素となる。

【0017】以上のように、本発明の高インク吸収性のインクジェット被記録材を得るためには基紙のサイズ度並びに塗工層に使用する材料の組合せが重要となる。本発明に係るインクジェット被記録材は、低サイズ度の基紙上に大きな吸油性と大きな比表面積を持つシリカを塗工層に配して、高いインク吸収能と画質を確保する。また、一次粒子径の平均径が $0.05\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有する微粒子状のシリカまたはアルミナもしくはこの両者を併用して塗工層中のシリカに配合して、粉落ちや塗工層の剥がれを防止する。

【0018】さらに、これらの微粒子状シリカまたはアルミナは大きな比表面積を有するためインク中の染料を顔料表面に保持することができ、また、吸油量も大きい。そのため、画像濃度や解像性を大幅に低下させることはなく、しかも、記録画像のオゾンによる変色または退色も抑制することができ、記録画像の保存性も改良することができる。

【0019】従って、以上のような構成を採ることによって、画質を低下させることなく充分なインクの吸収能を確保することができ、少ない塗工量でも被記録材を得ることが可能となり、折れ割れや指触感などの問題も同時に解決することができる。

【0020】本発明で用いられるシリカとしては、インクの吸収能を高め高品位の画像を達成可能なものを選ぶことが好ましい。このようなシリカは、液相中でケイ酸ナトリウムと酸とを反応させ、ケイ酸の一次粒子を生成させたあと、この一次粒子をシロキサン結合の三次元的

4

なつながりを介して二次凝集体に成長させたものであり、多孔性に富む網目構造が形成されるため、内部表面積、細孔容積の大きなシリカである。このようなシリカとして、例えば、サイリシア（商品名、富士シリシア工業社製）、ファインシール（商品名、徳山曹達社製）、ミズカシール（商品名、水澤化学工業社製）などの市販品を使用することができる。

【0021】シリカの粒径は、通常顔料として使用できる範囲のものであればよいが、塗工層表面の平滑性などに影響を与えるので、特に、二次粒子径が $20\mu\text{m}$ 以下のものが好ましい。

【0022】シリカの比表面積はインクの吸着に影響を与え、比表面積が $100\text{m}^2/\text{g}$ 未満の場合はインクの染料がトラップされにくくなり画像濃度が低下する傾向があるため、大きな比表面積をもつほど画像濃度は向上する。一方、 $400\text{m}^2/\text{g}$ を越えるようになると、大きな比表面積のため表面活性も上昇し、オゾンによる染料の変色や退色を促進するため、耐オゾン性が低下する傾向がある。従って、シリカとして比表面積が $100\sim 400\text{m}^2/\text{g}$ の範囲のものをを用いると画像濃度に優れ耐オゾン性のよい記録画像の保存性に優れた被記録材を得ることができる。

【0023】また、シリカの吸油量もインクの吸収性や発色性に影響を与える重要な物性のひとつである。一般的には、吸油量が大きいほど高いインク吸収性が得られ、吸油量が、 $150\sim 300\text{ml}/100\text{g}$ の範囲の顔料を用いた場合に解像性の点で優れた被記録材が得られる。 $150\text{ml}/100\text{g}$ 未満の場合には塗工層のインク吸収性が低下し、にじみが発生し解像性が低下する傾向を示す。一方、 $300\text{ml}/100\text{g}$ を越える場合には塗工液中のバインダー成分をも吸収し、粉落ちや塗工層の剥がれが発生しやすくなる傾向を示す。

【0024】本発明で用いられる一次粒子径の平均径が $0.05\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカまたはアルミナとしては、一般に、気相法で製造されたシリカまたはアルミナを用いることができる。これらは、四塩化ケイ素または塩化アルミニウムを酸水素塩中で高温で加水分解して製造されるもので、多孔質でなく、内部表面積をもたないコンパクトな超微粒子状であるが、大きな外部表面積を持ち吸着性が高いシリカまたはアルミナである。このように気相法で製造されたシリカまたはアルミナは $0.005\sim 0.05\mu\text{m}$ の粒子径を有し比表面積は、一般に、 $50\sim 400\text{m}^2/\text{g}$ 、吸油量は、 $150\sim 350\text{ml}/100\text{g}$ 程度の値を示している。さらに、この気相法で製造されたシリカまたはアルミナは、例えば、アエロジル（登録商標、商品名、日本アエロジル社製）、アルミニウムオキサイドC（商品名、日本アエロジル社製）などの市販品を使用することができる。

【0025】このような微粒子状のシリカまたはアルミナは、微粒子であるためシリカ間の隙間に入り込み、密

5

な状態で塗工層が形成され、さらに、微粒子状シリカまたはアルミナ表面の水酸基の作用により密着力が向上するため粉落ちや塗工層の剥がれを防止することができると思われる。従って、用いるシリカまたはアルミナの粒子径は細かい程効果があるが、極端に細かい場合には、表面活性が増加し、取扱も困難となるため、 $0.005\mu\text{m}$ 以上のものが好ましい。特に、 $0.005\sim 0.03\mu\text{m}$ の範囲のものをを用いた場合、粉落ちや塗工層の剥がれの防止と言う点で好ましい結果が得られる。

【0026】微粒子状のシリカまたはアルミナの比表面積の大小は、記録時のインクの吸収性やインク中の染料の吸着性に大きな影響を与えるものであり、特に、 $50\sim 300\text{m}^2/\text{g}$ の範囲のものをを用いると、解像性、画像濃度の面から、また耐オゾン性の面からよい結果が得られる。

【0027】シリカと微粒子状のシリカまたはアルミナとの配合比は、粉落ちの抑制と画質とを考慮して定められる。図1はステキヒトサイズ度7秒の基紙に乾燥塗工量 $6\sim 7\text{g}/\text{m}^2$ で塗工した場合の配合比と画質との関係を示している。画質は光学濃度(OD)を用いて評価している。これによると、光学濃度はシリカの配合割合が増えるに従い上昇している。記録画像に求められる光学濃度は1.4以上が必要とされ、図1によると微粒子状のシリカまたはアルミナの配合量が約70重量%以上になると、解像性が低下する傾向があるので、70重量%以下であるのが好ましい。ただし、シリカの配合比が高くなると、粉落ちや塗工層の剥がれが発生し、防止するためには微粒子状のシリカまたはアルミナを約20重量%以上配合する必要がある。従って、シリカと微粒子状のシリカまたはアルミナとは、重量比で30:70~80:20の範囲で配合して用いると好ましい結果が得られる。

【0028】上述の発明に係る被記録材は、記録紙に水がかかった時ににじみなどが起こることを防止するため、必要に応じて耐水化剤を塗工層中に添加してもよい。このような耐水化剤は、一般にポリカチオン性の重合体であり、塗工層中でインクの染料中のカルボン酸基やスルホン酸基などと塩を形成し不溶化することにより耐水性を付与する。このような耐水化剤としては、例えば、ポリビニルピリジン、ポリビニルイミダゾール、ポリエチレンイミン、ポリビニルアミン、ポリアリルアミン、ポリアリルアミンスルホンやこれらのアンモニウム塩などを用いることができる。これらの耐水化剤は、塗工層中の固形分に対して、一般に20重量%以下の添加量で目的を達成することができる。

【0029】本発明のインクジェット被記録材は、上述のシリカ、微粒子状のシリカまたはアルミナに必要により耐水化剤を加え、バインダーとともに混合して塗工液を調製し、得られた塗工液を基紙上に塗工し、乾燥して作製される。

6

【0030】ここで用いられるバインダーとしては結着能力のある高分子であれば特に制限はなく、このようなものとして、例えば、ポリビニルアルコール、澱粉、酸化澱粉、カチオン化澱粉、カゼイン、カルボキシメチルセルロース、ゼラチン、ヒドロキシエチルセルロースなどの水溶性高分子、SBRラテックス、MBRラテックス、酢酸ビニルエマルジョンなどの水分散型高分子があげられるが、画像の光学濃度の点では、水溶性高分子を用いることが好ましい結果を与える。

【0031】バインダーの配合量は、シリカおよび微粒子状シリカまたはアルミナの総量に対して通常10~200重量%の割合で用いられ、特に、20~100重量%がインク吸収能の点において好ましい。配合量が10重量%未満の場合、顔料を基材に接着させることができず、200重量%を越える場合には、インク吸収性が低下し、解像性が低下する傾向がみられる。

【0032】本発明で用いられる基紙には、例えばコート紙、再生紙、上質紙、アート紙などのような紙があげられる。紙のサイズ度は、記録時のインク吸収性に影響を与える。用いる基紙のサイズ度としては、JIS P 8122による、坪量 $80\text{g}/\text{m}^2$ におけるステキヒトサイズ度が0~10秒の範囲のものをを用いると好ましい結果が得られる。サイズ度が10秒を超える場合には、被記録材のインクの吸収性が低下し解像度が低下する傾向がある。

【0033】また、用いる基紙の坪量が低い場合は、いわゆるコシの弱い紙であり、プリンター内で搬送される時に紙づまりなどのトラブルを発生し易く、また、坪量が多い場合には、いわゆる固い紙であり、折り曲げなどに際して表面の塗工層に加わる応力が強くなり、塗工層のひび割れ、粉落ち、剥がれなどを起こし易くなる傾向が見られる。従って、用いる基紙の坪量は $80\sim 200\text{g}/\text{m}^2$ の範囲で用いると好ましい結果を得ることができる。

【0034】塗工にはエアナイフコーター、ブレードコーター、キャストコーター等の公知の塗工装置を用い、ついで、熱風乾燥機、熱ドラム、遠赤外線乾燥機などの公知の乾燥装置で乾燥することにより被記録材が得られる。

【0035】塗工量は、被記録材のインクの吸収能や折れ割れなどに関係し、塗工量が多く塗工層の厚さが厚い場合には、インク吸収能が高く解像性は良くなるが、塗工層に折れ割れが起こり、指感触も普通紙とは異なった感じとなる。従って、薄い塗工層でも十分なインク吸収能を持つように、用いる基紙の吸収性の程度を示すステキヒトサイズ度を考慮しながら、塗工量を定めなければならない。

【0036】この関係を図2を用いて説明する。図2は、シリカと微粒子状シリカとを重量比で1:1に配合した塗工液を用いて、ステキヒトサイズ度が異なる基紙

上に塗工した場合のインクの吸収性の良否について示したグラフである。インクの吸収性は解像性を用いて評価し、図において、「○」は解像性合格を示し、「×」は不合格を示している。図2によると、折れ割れは塗工量約 12 g/m^2 を境にして発生しており、折れ割れを防止するために、塗工量は約 12 g/m^2 以下でなければならない。また、この塗工量以下で、解像性に優れた被記録材を得るには、ステキヒトサイズ度が10秒までの基紙を用いることができる。

【0037】一方、吸収性がよい低ステキヒトサイズ度の基紙を用いた場合には、塗工量が少なくなると、基紙にもインク中の染料が吸収されるようになるため、染料が塗工層表面でトラップされず、光学濃度が低下する他、高吐出量のインクを瞬時に吸収できず、「にじみ」や「太り」を発生し、解像性が低下する傾向があるが、塗工量 3 g/m^2 以上であれば優れた解像性を示している。従って、図2に示した塗工液を用いた場合には、すくなくとも、ステキヒトサイズ度が10秒以下の基紙に $3\sim 12\text{ g/m}^2$ の範囲で塗工すると好ましい結果が得られることがわかる。

【0038】なお、ここに示した折れ割れの起こる限界は、塗工層に用いる顔料の粒度、バインダーの種類などによっても変化し、また、インクの吸収能も塗工層に用いる顔料の種類や配合比などにより変化する。すなわち、塗工量を増やしても折れ割れが生じない場合には、厚い塗工層が充分なインク吸収能を示すようになるため、ステキヒトサイズ度が大きい基紙を用いることができるようになる。また、単位重量当りの塗工層のインク吸収能をあげた場合には、より少ない塗工量で被記録材を作製することが可能となる。このように、好ましい結果が得られる塗工量および基紙のステキヒトサイズ度の範囲は塗工層の性質によりシフトすることになるが、いずれにしても、図2に示した手法により、最適な範囲を定めることができる。

【0039】また、本発明においては塗工液を調製する際に、必要に応じて顔料分散剤、保水剤、耐水化剤、増粘剤、離型剤、潤滑剤、蛍光染料、紫外線吸収剤、筆記性改良剤等各種添加剤を適宜併用することができる。さらに、塗工層を設けた後、塗工表面の光沢度および平滑度を更に向上させるために、インク吸収能が低下しない程度に、スーパーカレンダー、グロスカレンダー等で処理を施すことも差し支えない。

【0040】なお、本発明に係る上述の被記録材は、インクジェット方式の記録に一般的に使用される水系のインクに適用することができる。このようなインクの成分は、例えば、酸性染料や直接染料のような染料1～5重量%、ノズルの目詰まりを防止するためのジエチレングリコールのような水溶性高沸点有機溶剤5～60重量%および水30～80重量%を含んだ組成を有している。

【0041】以下、実施例を用いて、さらに詳しく説明

する。

【0042】

【実施例】

実験例1

シリカとしてサイリシア450（商品名、平均粒子径： $5.2\text{ }\mu\text{m}$ 、BET比表面積： $300\text{ m}^2/\text{g}$ 、吸油量： $200\text{ ml}/100\text{ g}$ 、富士シリシア工業社製）を50重量部、一次粒子径の平均径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカとして気相法シリカ（商品名：アエロジル200CF、平均粒子径： $0.012\text{ }\mu\text{m}$ 、BET比表面積： $200\text{ m}^2/\text{g}$ 、日本アエロジル社製）を50重量部、バインダーとしてケン化度88モル%、重合度2000のポリビニルアルコール（商品名：PVA220、クラレ社製）を30重量部、耐水性向上剤としてポリアリルアミン型カチオン樹脂（商品名：PAA-3L、日東紡績社製）を5重量部に水を加えて混合し、固形分濃度が20重量%となるように塗工液を調製した。

【0043】得られた塗工液を、JIS P8122によるステキヒトサイズ度が7秒の基紙にバーコーターを用いて、乾燥後の塗工量が 6 g/m^2 となるように塗工し、熱風乾燥炉で乾燥（ 110°C 、5分間）して塗工層を設けた。その後、スーパーカレンダー処理を行いインクジェット被記録材を作製した。

【0044】このようにして得られた被記録材について、以下に示す方法に従って評価を行い、その結果を表1に示した。

【0045】評価法

1 記録方法

カラー複写機（製品名：BJ-A1ピクセルプロ、400dpi、キヤノン社製）およびカラーバブルジェットコピー1用の専用インク（ブラック、シアン、マゼンタおよびイエロー、キヤノン社製）を用いて印字した。

【0046】2 折れ割れ

未記録の被記録材を二つに折り曲げ、折り目部分を、重さ 1 kg の金属ロールで数回擦り、塗工層の剥がれ具合を目視により次の評価基準に従い判定した。

○ 塗工層の剥がれが認められない。

× 塗工層の剥がれが認められる。

【0047】3 解像性

11.5ポイントの漢字「雷」を印字し、印字した文字部分について、線の太さとにじみ具合を目視により次の評価基準に従い判定した。

○ 「田」の部分の窓がつぶれていない。

× 「田」の部分の窓がつぶれている。

【0048】4 耐オゾン性

オゾンウエザーメーター（製品名：OMS-HCR、スガ試験機社製）を用いて、オゾン濃度 1 ppm 、温度 40°C 、相対湿度（RH）56%の条件で、印字した記録材を暴露した。その後、ブラックの記録部分について、

測色色差計（製品名：1001DP、日本電色工業社製）を用い、未暴露物との色差（ ΔE^* ）を測定し耐オゾン性の評価値とした。色差（ ΔE^* ）の測定値が小さいほどオゾンによる記録部分の変色または退色が少なく、耐オゾン性が優れていることを示している。

【0049】5 発色性

ブラックの記録部分の光学濃度（OD）を、マクベス濃度計（製品名：RD918、マクベス社製）を用いて測定した。

【0050】6 指触感

パネラー3人によって、被記録材を触り感触を得、3人とも普通紙に近いと判断した場合に「○」、それ以外の場合に「×」とした。

【0051】7 粉落ち

被記録材を指で軽く擦り、粉落ちの状態を目視により次の評価基準に従い判定した。

○ 粉落ちが認められない。

× 粉落ちが認められる。

【0052】実験例2

実験例1と同様にして塗工液を調製し、得られた塗工液を、JIS P8122によるステキヒトサイズ度が10秒の基紙にバーコーターを用いて、乾燥後の塗工量が 6 g/m^2 となるように塗工し、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。

【0053】実験例3

実験例1と同様にして塗工液を調製し、得られた塗工液を、JIS P8122によるステキヒトサイズ度が22秒の基紙にバーコーターを用いて、乾燥後の塗工量が 6 g/m^2 となるように塗工し、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。なお、評価結果で評価不能となっているのは、記録後のインクの吸収が遅く、インクがあふれる現象が起こり同じ条件で評価することができなかったためである。

【0054】実験例4

実験例1と同様にして塗工液を調製し、得られた塗工液を、JIS P8122によるステキヒトサイズ度が7秒の基紙にバーコーターを用いて、乾燥後の塗工量が 10 g/m^2 となるように塗工し、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。

【0055】実験例5

実験例1と同様にして塗工液を調製し、得られた塗工液を、JIS P8122によるステキヒトサイズ度が7秒の基紙にバーコーターを用いて、乾燥後の塗工量が 15 g/m^2 となるように塗工し、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。

【0056】実験例6

実験例1と同様にして塗工液を調製し、得られた塗工液を、JIS P8122によるステキヒトサイズ度が22秒の基紙にバーコーターを用いて、乾燥後の塗工量が 15 g/m^2 となるように塗工し、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。

【0057】実験例7

シリカとしてサイリシア450（商品名、富士シリシア工業社製）を70重量部、一次粒子径の平均径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカとして気相法シリカ（商品名：アエロジル200CF、日本アエロジル社製）を30重量部を用いて、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。

【0058】実験例8

シリカとしてサイリシア450（商品名、富士シリシア工業社製）を20重量部、一次粒子径の平均径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカとして気相法シリカ（商品名：アエロジル200CF、日本アエロジル社製）を80重量部を用いて塗工液を調製し、得られた塗工液を、JIS P8122によるステキヒトサイズ度が7秒の基紙にバーコーターを用いて、乾燥後の塗工量が 7 g/m^2 となるように塗工し、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。

【0059】実験例9

シリカとしてサイリシア450（商品名、富士シリシア工業社製）を500重量部、一次粒子径の平均径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカおよびアルミナとして気相法シリカ（商品名：アエロジル200CF、日本アエロジル社製）を30重量部および気相法アルミナ（商品名：アルミニウムオキサイドC、平均粒子径： $0.013\text{ }\mu\text{m}$ 、比表面積： $100\pm 15\text{ m}^2/\text{g}$ 、日本アエロジル社製）20重量部とを用いて、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。

【0060】実験例10

シリカとしてミズカシールP-78A（商品名、平均粒子径： $3.5\text{ }\mu\text{m}$ 、BET比表面積： $350\text{ m}^2/\text{g}$ 、吸油量： $250\text{ ml}/100\text{ g}$ 、水澤化学工業社製）を50重量部、一次粒子径の平均径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ より小さい粒子径を有するシリカとして気相法シリカ（商品名：アエロジル300CF、平均粒子径： $0.007\text{ }\mu\text{m}$ 、BET比表面積： $300\text{ m}^2/\text{g}$ 、日本アエロジル社製）を50重量部とを用いて、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。

【0061】実験例11

シリカとしてファインシールX-37（商品名、平均粒子径： $3.7\text{ }\mu\text{m}$ 、BET比表面積： $260\text{ m}^2/\text{g}$ 、

吸油量：270ml/100g、徳山曹達社製）を50重量部、一次粒子径の平均径が0.05 μ mより小さい粒子径を有するアルミナとして気相法アルミナ（商品名：アルミニウムオキサイドC、平均粒子径：0.013 μ m、比表面積：100 \pm 15m²/g、日本アエロジル社製）50重量部とを用いて、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。

【0062】比較例1

シリカとしてサイリシア450（商品名、富士シリシア工業社製）を100重量部を用いて塗工液を調製し、得られた塗工液を、JIS P8122によるステキヒトサイズ度が7秒の基紙にバーコーターを用いて、乾燥後の塗工量が7g/m²となるように塗工し、実験例1と

同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。なお、評価結果で評価不能となっているのは、塗工中に粉落ちが生じ被記録材を得ることができなかったためである。

【0063】比較例2

シリカとしてサイリシア450（商品名、富士シリシア工業社製）を100重量部を用いて塗工液を調製し、得られた塗工液を、JIS P8122によるステキヒトサイズ度が22秒の基紙にバーコーターを用いて、乾燥後の塗工量が15g/m²となるように塗工し、実験例1と同様にしてインクジェット被記録材を作製し、評価した結果を表1に示す。

【0064】

【表1】

| | | | | 実験例 | | | | | | | | | | | 比較例 | |
|---------------|-------------------------|------|--|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-----|------|
| | | | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 1 | 2 |
| 構成 | 原紙 ステットサイズ度 [秒] | | | 7 | 10 | 22 | 7 | 7 | 22 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 22 |
| | 顔料 | 合成 | シリカ7450 シリカ7470-WP-78A シリカ7470-WX-37 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 70 | 20 | 50 | | | 100 | 100 |
| | | 重量部 | 微粒子状顔料 | シリカ7200CF シリカ7300CF シリカ7470-WX-37 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 30 | 80 | 30 | | 50 | | |
| | 塗工量 [g/m ²] | | | 6 | 6 | 6 | 10 | 15 | 15 | 6 | 7 | 3 | 6 | 6 | 7 | 15 |
| | 評価結果 | 折れ割れ | | | ○ | ○ | ○ | ○ | × | × | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | 評価不能 |
| 解像性 | | | ○ | ○ | 評価不能 | ○ | ○ | ○ | ○ | × | ○ | ○ | ○ | ○ | | |
| 耐オゾン性 ΔE | | | 5.5 | 5.2 | | 4.7 | 5.0 | 5.5 | 8.7 | 3.4 | 5.1 | 6.3 | 5.0 | 25.7 | | |
| 発色性 光学濃度 (OD) | | | 1.53 | 1.53 | | 1.54 | 1.54 | 1.53 | 1.58 | 1.32 | 1.54 | 1.55 | 1.55 | 1.85 | | |
| 指触感 | | | ○ | ○ | | ○ | ○ | × | × | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | | |
| 粉落ち | | | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | × | ○ |

また、ステキヒトサイズ度7秒の基紙に乾燥塗工量6～7g/m²で塗工した場合におけるシリカと微粒子状のシリカとの配合比と光学濃度(OD)との関係を図1に示す。

【0065】実験例12

実験例1と同様にして調製した塗工液を、ステキヒトサイズ度が異なる基紙に、種々の塗工量で塗工し、インクジェット被記録材を作製し、評価した。種々のステキヒトサイズ度および塗工量に対する、解像性および折れ割れの評価結果について図2に示す。図において、「○」は解像性合格を示し、「×」は解像性不合格を示している。また、斜線で囲った部分は折れ割れおよび解像性を共に満足する範囲を示している。

【0066】表1の実験例1～11および比較例1によって、微粒子状のシリカまたはアルミナをシリカに配合

することによって粉落ちや塗工層の剥がれを防止できることがわかる。

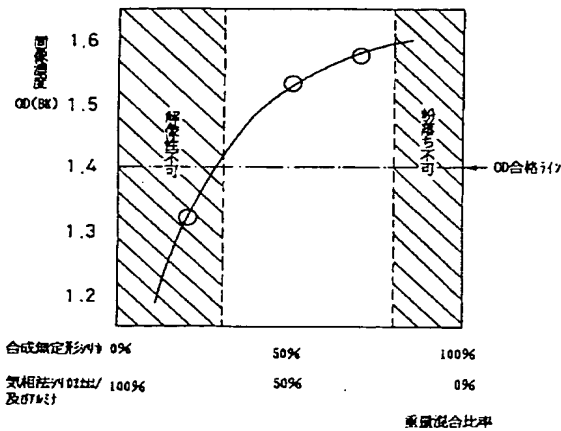
【0067】実験例1～3および1、4～6の比較から、塗工量が少ない場合には、インクは塗工層のみでは吸収されず、基紙もインクの吸収に関与することを示している。すなわち、塗工量が一定の場合にステキヒトサイズ度が高くなるとインクの吸収性が低下する傾向がある。一方、塗工層が厚くなるとインクは塗工層中で十分に吸収されるようになり、基紙のステキヒトサイズ度の影響を受けなくなる。しかし、塗工層を厚くした場合には折れ割れが発生しやすくなる傾向があるため塗工量は制限を受けることになる。なお、この関係は図2からも容易に理解することができる。

【0068】実験例1、7～8の結果は、図1にも示されているとおりシリカと微粒子状シリカとの配合量の変

化が、記録画質に影響を与えることがわかる。耐オゾン性を示す ΔE^* はシリカ単独の場合(比較例2)に比べて大幅に小さくなり、微粒子状のシリカの添加によって変色または退色の度合いが減少し、耐オゾン性が改良されたことを示している。ただし、微粒子状シリカの配合量を多くした場合は、解像性が低下する傾向がある。これは、微粒子状のシリカやアルミナは大きな外部表面積に起因する大きな吸油性を有しているが、吸着は主に顔料の外部表面で起こり、シリカのように顔料内部の細孔に吸着されるものではない。従って、インク中の染料はインクの溶剤などとともに顔料表面に吸着されるためインクのトラップ性が低下し、にじみなどが起こる傾向があるためと思われる。

【0069】しかし、反面、塗工層を形成する場合においては、微粒子状のシリカまたはアルミナはバインダー成分を顔料表面に保持することになるため、密着性が向

【図1】



上し粉落ちや塗工層の剥がれを防止することができるものと思われる。

【0070】また、実験例9～11に示すように、シリカおよび微粒子状のシリカまたはアルミナの種類を変更しても同様の結果が得られることがわかる。

【0071】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、塗工層の剥がれや粉落ちなどが生じることなく、高速印字、高吐出量のプリンターに対応した優れたインク吸収能を有し、発色性、解像性、画像保存性を兼ね備えたインクジェット被記録材を得ることが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】シリカと微粒子状のシリカとの配合比と画質との関係を示すグラフである。

【図2】基紙のステキヒトサイズ度および塗工量と解像性との関係を示したグラフである。

【図2】

